

公開特許公報



(2,000円)

正

特許願(/)
昭和49年9月21日

特許長官殿

1 発明の名称 耐熱性エポキシ樹脂の製法

2 発明者 住所 大阪府門真市大字門真1048番地
松下電工株式会社 内
氏名 松村昌弘 (ほか1名)

3 特許出願人 住所 大阪府門真市大字門真1048番地
名称 (583) 松下電工株式会社
代表者 丹羽正治

4 代理人 住所 大阪府門真市大字門真1048番地
松下電工株式会社 特許課内
氏名 (6201) 井理士竹元敏丸 (ほか2名)

5 添付書類の目録
(1) 明細書 1通
(2) 図面 1枚
(3) 委任状 1枚
(4) 願書副本 1枚

⑪特開昭 51-36300
⑬公開日 昭51.(1976)3.27
⑫特願昭 49-109115
⑭出願日 昭49.(1974)9.21
審査請求 未請求 (全3頁)

府内整理番号

6714 45
6685 45

⑮日本分類

26(5)K211.1
26(5)M0

⑯Int.Cl.

C08G 59/42//
C08G 83/00

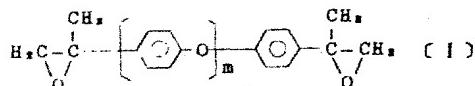
明細書

1. 発明の名称

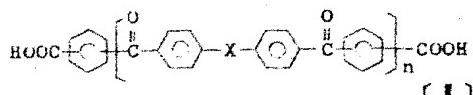
耐熱性エポキシ樹脂の製法

2. 特許請求の範囲

下記一般式〔I〕で表わされるエポキシ化合物と、下記一般式〔II〕で表わされるケトンジカルボン酸を反応させることを特徴とする耐熱性エポキシ樹脂の製法。



(ここでmは1, 2, 3)

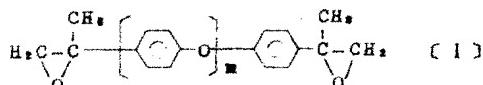
(ここでXはCH₂, S, nは正の整数)

3. 発明の詳細な説明

本発明は耐熱性の改良されたエポキシ樹脂の製法に関するものである。

従来、エポキシ樹脂の耐熱性を向上させる目的で種々の試みがなされているが、代表的な試みとしては、ビス[4-(1-メチル-1,2-エポキシエチル)フェニル]エーテル等とビロメリット酸またはトリメリット酸などの芳香族ポリカルボン酸からエポキシ樹脂を得る方法が知られている。本発明はこのエポキシ樹脂よりもさらに耐熱性の改良された新規なエポキシ樹脂の製法を提供するものである。

すなわち、本発明は下記一般式〔I〕で表わされるエポキシ化合物と、下記一般式〔II〕で表わされるケトンジカルボン酸を反応させることを特徴とする。

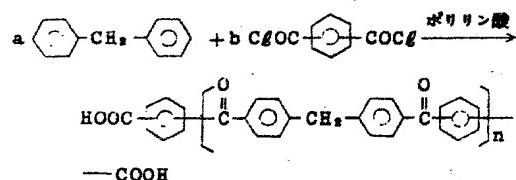


(ここでmは1, 2, 3)

(ここでXはCH₂, S, nは正の整数)

上記エポキシ化合物としてはビス[4-(1-メチル-1,2-エポキシエチル)フェニル]エーテル、ハイドロキノンビス[4-(1-メチル-1,2-エポキシエチル)フェニル]エーテル、4,4'-ジオキシジフェニルエーテル-4,4'-ビス[4-(1-メチル-1,2-エポキシエチル)フェニル]エーテルなどがある。これらエポキシ化合物の合成法はJournal of Applied Polymer Science第11巻(1967年)、2023頁～2036頁に示されている。

またケトンジカルボン酸については、たとえばXがCH₂のものについて述べると、次の反応式に従つて合成される。



すなわちポリリン酸を媒媒として、ジフェニルメタンとイソまたは(および)テレフタル酸クロ

リドをb/a > 1.1の割合で反応させるものである。

以上のエポキシ化合物とケトンジカルボン酸を配合して、反応させることにより極めて高い耐熱性を有する硬化物を得ることができる。

エポキシ化合物とケトンジカルボン酸の配合物は、両者を反応させて硬化させる前は熱時、加圧により流動性を示し、成形性を有することから適当な充填材、補強材を混合するか、または混合せずに成形材料として用いることができる。またガラス布などを基材として用いてプリプレグを得て常法により積層板を得ることもできるし、配合物を溶剤に溶かして耐熱、耐蝕塗料とすることもできる。

なお、芯材としては常法によるエポキシ樹脂一ガラスマウトプリプレグを用い、表層用としてさきの配合物を用いたプリプレグを用いて横層成形し安価で耐熱性等の良い複合積層板を得ることもできるし、さらに成形に際して銅箔などの金属箔を一体化させ、プリント配線基板とすることもできる。

以下実施例に基づき説明する。

実施例

[ケトンジカルボン酸の合成]

116gのポリリン酸200g中にイソフタル酸ジクロリド20.8gとジフェニルメタン1.188gとを投入し攪拌下、発泡に注意しながら加熱して200℃まで温度上昇させた後2.6時間反応させた。この反応混合物を冰水1.5kg中に投入し、ろ過水洗を3～4回くりかえし次いで熱湯で10回程度洗浄した後乾燥した。得られたものはジメチルアセトアミドに可溶なる粉体で、このものの赤外線吸収スペクトル分析の結果1660～1680cm⁻¹にケト型カルボニル、1700～1690cm⁻¹に芳香族カルボン酸の吸収が認められた。また末端カルボキシル基の定量より4.8g(COOH当量)の値を得た。

[エポキシ樹脂組成物及び硬化物の製造]

上記の合成によつて得られたケトンジカルボン酸4.8gとビス[4-(1-メチル-1,2-エポキシエチル)フェニル]エーテル1.14gを蒸留し

たジメチルアセトアミドの最少量に混合溶解して耐熱性エポキシ樹脂組成物を得た。

この組成物を160℃4時間、160℃5時間処理したところエポキシ樹脂の暗褐色の硬化物が得られた。この硬化物を細粉碎してジメチルアセトアミド及び濃硫酸に投入したところいずれも不溶で上記熱処理によつて反応がおこり変化したものと認められた。この硬化物は、示差熱天秤分析の結果320℃まで重量変化がなくすぐれた耐熱性を有していることを確認した。

特許出願人

松下電工株式会社

代理人弁理士 竹元敏九

(ほか2名)

6 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発明者
住 所 大阪府門真市大字門真1048番地
松下電工株式会社内

氏 名 橋田義弘

(2) 特許出願人

(3) 代理人
住 所 大阪府門真市大字門真1048番地
松下電工株式会社 特許課内

氏 名 (7338) 弁理士 佐藤成示

住 所 大阪府門真市大字門真1048番地
松下電工株式会社 特許課内

氏 名 (7587) 弁理士 川瀬幹夫